

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-225610

(43)Date of publication of application : 25.08.1998

(51)Int. Cl.

B01D 53/26

B01D 53/04

F25J 3/04

F25J 3/08

(21)Application number : 09-032093

(71)Applicant : KAWASAKI STEEL CORP

(22)Date of filing : 17.02.1997

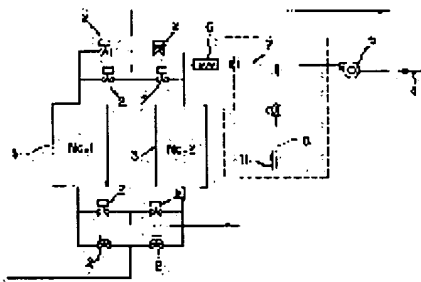
(72)Inventor : OGINO SATORU  
URAGAMI TADAO

## (54) METHOD AND DEVICE FOR REGENERATING ADSORBER

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To regenerate an adsorber even after the shutdown of an air separation plant and before the resumption thereof in a regenerating process of the adsorbers for adsorbing moisture and gaseous CO<sub>2</sub> in raw material air used in the air separation plant by using product gas not containing moisture and gaseous CO<sub>2</sub>.

SOLUTION: Regenerating piping 7 on the secondary side (downstream side) of a blower 5 is provided separately with a gas introducing pipe 8 so that product gas 11 pressurized to at least operating pressure of the blower 5 or more is introduced. As the product gas 11, gaseous oxygen or nitrogen already produced by an air separation plant and accumulated in a holder as a product or a gaseous mixture thereof, dehumidified air, and further commercially available gas separately purchased are used. When the gas introducing pipe 8 is installed, even if the air separation plant is stopped or there is not enough regenerating waste gas 4, the product gas 11 unrelated to shutdown of the air separation plant can be utilized as regenerating gas.



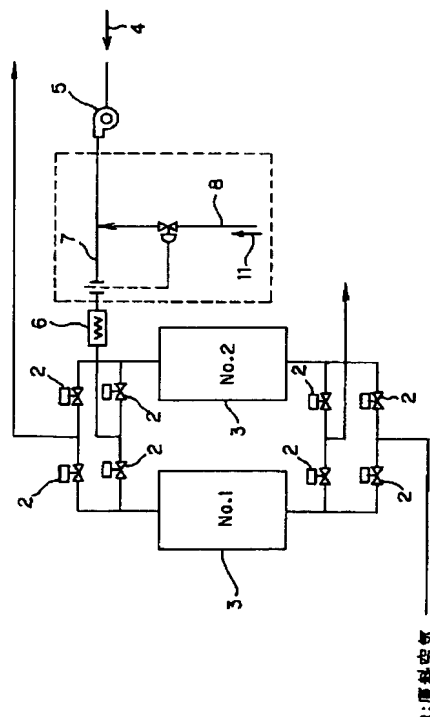
## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 25.04.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 11.01.2005

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of

rejection or application converted  
registration]  
[Date of final disposal for application]  
[Patent number]  
[Date of registration]  
[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]  
[Date of requesting appeal against  
examiner's decision of rejection]  
[Date of extinction of right]



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 空気分離装置で使用する原料空気中の水分及び炭酸ガスを吸着する吸着塔の再生工程に、該空気分離装置で又は別途製造され水分及び  $\text{CO}_2$  を含まない製品ガスを使用することを特徴とする吸着塔の再生方法。

【請求項 2】 前記製品ガスを、空気分離装置の運転休止後再開前に、前記吸着塔に流すことを特徴とする請求項 1 記載の吸着塔の再生方法。

【請求項 3】 前記製品ガスを、窒素ガスとすることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の吸着塔の再生方法。

【請求項 4】 空気分離装置の休止後の経過時間に応じて、前記製品ガスを加熱するか冷却するかを判断し、該判断に基づいて該製品ガスを加熱あるいは冷却して流すことを特徴とする請求項 2 又は 3 記載の吸着塔の再生方法。

【請求項 5】 空気分離装置に付帯し、吸着剤が充填され、原料空気中の水分及び炭酸ガスの吸着と脱着再生を交互に切り換えて使用する複数の吸着塔と、該吸着塔に流す上記空気分離装置からの再生用ガスを供給する配管と、該再生用ガスを加熱する加熱器とを備えた吸着塔の再生装置において、上記再生用ガスの配管に連設され、前記製品ガスを別途供給するガス導入管と、上記吸着塔の使用を吸着あるいは再生に切り換える切換装置と、空気分離装置の運転停止情報及び上記切換装置からの切り換え情報を受け、上記配管及びガス導入管に備えた流量調整弁の開閉を指示する演算制御装置とを有することを特徴とする吸着塔の再生装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】本発明は、空気分離装置へ供給する原料空気の清浄化に使用した吸着塔の再生を合理的に行い、上記空気分離装置の停止後再運転時に要する起動時間を短縮することのできる吸着塔の再生方法及び再生装置に関する。

## 【 0 0 0 2 】

【従来の技術】一般に、酸素ガスや窒素ガスを大量生産するには、深冷分離法に基づく空気液化分離装置（以下、空気分離装置）が使用される。そして、該空気分離装置の運転に際しては、その寒冷部に水分や二酸化炭素を持ち込まないように、原料である空気（以下、原料空気）から水分及び二酸化炭素（以下、 $\text{CO}_2$ ）を予め吸着除去する必要がある。そのため、空気分離装置の前段には、水分吸着用の活性アルミナからなる吸着剤と、 $\text{CO}_2$  吸着用のゼオライト（商品名：モレキュラ・シーブス）からなる吸着剤を 2 層に充填した吸着塔が、設けられる。なお、一般に、原料空気は塔の下方より上方へ向け供給されるので、下層に水分用、上層に  $\text{CO}_2$  用の吸着剤が充填される。

【 0 0 0 3 】これらの吸着剤は、一定時間使用すると、当然のことながら吸着能力が失われる。そこで、上記吸着塔は、通常 2 基設けられ、一定の時間間隔で交互に切り換えて連続的に使用されるようになっている。つまり、1 基が原料空気を吸着処理している間に、他方の塔は、吸着剤から吸着された水分及び  $\text{CO}_2$  を脱着し、所謂再生を行うのである。

【 0 0 0 4 】ところで、この再生は、従来より、空気分離装置の運転中に行われ、該空気分離装置から水分及び  $\text{CO}_2$  を含有していない廃ガスあるいは低純度窒素ガスの一部を受け入れ、それを再生用ガスとして使用している。通常、この再生用ガスは、例えば、特開平 4 - 2 5 7 6 8 8 号公報や特開平 6 - 3 3 9 6 1 2 号公報に開示されているように、 $170^\circ\text{C}$ （モレキュラ・シーブスの再生に必要な温度）まで加熱され、前記吸着塔の上方から下方に向けて一定時間流され、系外に排出される。それによって、吸着物は、脱着除去されるので、その後、低温の窒素ガスに切り換えて該吸着剤を冷却し、吸着塔として再使用できるようになる。

【 0 0 0 5 】ところで、前記空気分離装置は、エネルギーの使用効率等の装置特性の観点から、通常は 24 時間運転を原則としている。しかしながら、空気分離装置といえども機械であるので損耗や故障があり、定期的あるいは突発的に停止をする場合がある。また、酸素及び窒素ガスの大量使用先でプラントの突発休止や定期休止の影響で、休止させられる場合もある。さらには、ガス製造メーカーが、空気分離装置を電力費の安価な夜間のみ運転する場合もある。かかる空気分離装置の運転休止があると、前記した吸着塔の再生方法は、不都合な問題を抱えていたのである。すなわち、2 基の吸着塔のうち、どちらか一方の塔が完全に再生を完了しない時点で空気分離装置を停止しておくと、再起動の際に、どちらの塔も吸着塔として正常に働かないことがある。

【 0 0 0 6 】そこで、実際の操業では、空気分離装置を再起動する際には、例えば一方の吸着塔（停止前には、吸着側で使用）に、原料空気総量の  $1/5$  のみを再生用ガスとして流し、その状態で旧再生側の塔を完全に再生し直してから立ち上げるか、あるいはどちらか一方の塔が完全に再生したタイミングで、空気分離装置を停めるようにしていた。しかしながら、かかる対策では、起動に数時間（2～8 時間）を要し、また、空気分離装置の停止時のチャンスロス（いつでも停止できないための待ち時間、例えば 3 時間）が発生するという問題があり、吸着塔の再生が、空気分離装置の円滑、且つ安定運転の障害になっていた。

## 【 0 0 0 7 】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、かかる事情に鑑み、空気分離装置に付帯する吸着塔の再生を従来より効率良く行う吸着塔の再生方法及び再生装置を提供することを目的としている。

## 【 0 0 0 8 】

【課題を解決するための手段】発明者は、上記目的を達成するため、吸着塔の再生を、空気分離装置から循環されてくる廃ガスを利用しないでも可能とすることに着眼して鋭意研究を行った。そして、空気分離装置の運転中に、該空気分離装置から供給される再生用ガスが規定量に達しない時、あるいは該空気分離装置の停止時に、別ルートの再生用ガスを有効利用するようにすると共に、再生用ガスの切り換えや、加熱あるいは冷却の判断を自動化するようにして、本発明を完成した。

【 0 0 0 9 】すなわち、本発明は、空気分離装置で使用する原料空気中の水分及び炭酸ガスを吸着する吸着塔の再生工程に、該空気分離装置で又は別途製造され水分及び  $\text{CO}_2$  を含まない製品ガスを使用することを特徴とする吸着塔の再生方法である。また、本発明は、前記製品ガスを、空気分離装置の運転休止後再開前に、前記吸着塔に流したり、あるいは前記製品ガスを、窒素ガスとすることを特徴とする吸着塔の再生方法である。

【 0 0 1 0 】さらに、本発明は、空気分離装置の休止後の経過時間に応じて、前記製品ガスを加熱するか冷却するかを判断し、該判断に基づいて該製品ガスを加熱あるいは冷却して流すことを特徴とする吸着塔の再生方法である。加えて、本発明は、空気分離装置に付帯し、吸着剤が充填され、原料空気中の水分及び炭酸ガスの吸着と脱着再生を交互に切り換えて使用する複数の吸着塔と、該吸着塔に流す上記空気分離装置からの再生用ガスを供給する配管と、該再生用ガスを加熱する加熱器とを備えた吸着塔の再生装置において、上記再生用ガスの配管に連設され、前記製品ガスを別途供給するガス導入管と、上記吸着塔の使用を吸着あるいは再生に切り換える切換装置と、空気分離装置の運転停止情報及び上記切換装置からの切り換え情報を受け、上記配管及びガス導入管に備えた流量調整弁の開閉を指示する演算制御装置とを有することを特徴とする吸着塔の再生装置である。

【 0 0 1 1 】本発明では、空気分離装置の吸着塔の再生方法及び再生装置を、上記のような構成にしたので、空気分離装置の運転停止後再開前にも再生ができるようになり、再起動に際して従来のような吸着塔の再生を行う必要がなくなる。その結果、起動時間の短縮が図れるようになり、空気分離装置の円滑で安定な運転が可能になった。

## 【 0 0 1 2 】

【発明の実施の形態】図 1 は、本発明に係る吸着塔の再生方法を実施するための装置例を模式的に示したものであり、本発明の実施に関係のある弁や機器のみを表示し、無関係なものは省略してある。まず、従来の再生方法を説明すると、空気分離装置（図示せず）の運転中、圧縮機（図示せず）を介して供給される原料空気 1 は、図 1 中に記載した各種の弁 2 の操作により 2 つの吸着塔 3 の一方（ここでは、仮に  $\text{No. 1}$  とする）に下方から

導入され、最初に、水分、次に  $\text{CO}_2$  が順次に吸着、除去される。清浄になった原料空気 1 は、同じく弁 2 の操作で次工程（図示していない空気分離装置の寒冷部）へと流れて行く。他方の  $\text{No. 2}$  吸着塔 3 には、空気分離装置からの廃ガス 4 が、ブロー 5 を介し再生用ガスとして  $\text{No. 2}$  吸着塔 3 の上方より下方へ向け送りこまれ、該塔 3 内の吸着剤にすでに吸着されている  $\text{CO}_2$  及び水分をこの順で脱着除去して、該塔 3 を再度吸着塔として働くように再生する。その際、該再生ガスは、通常 1 7 10  $^{\circ}\text{C}$  程度に電熱ヒータ等の加熱器 6 で一定時間加熱され、脱着終了と判断された後には、該加熱器 6 の電源を切って冷却さるようになる。

【 0 0 1 3 】これに対して、本発明では、上記ブロー 5 の 2 次側（下流）の再生用ガス配管 7 に、少なくとも該ブロー 5 の運転圧力以上に加圧した製品ガス 1 1 を導入できるように、図 1 に破線で囲んだガス導入管 8 を別途設けたことに特徴がある。かかる導入管 8 があると、空気分離装置の停止があっても、あるいは再生用の廃ガス 4 が不足した時でも、空気分離装置の運転停止と無関係な製品ガス 1 1 が再生ガスとして利用できるようになる。導入ガスとしては、既に該空気分離装置で製造され、製品としてホルダ（図示せず）に蓄積されている酸素や窒素ガス、あるいはそれらの混合ガス、他の空気分離装置で製造され、余剰となっている窒素や酸素ガス、あるいはそれらの混合ガス、また除湿処理された空気、さらには別途購入した市販ガスが利用できる。いずれにしても、用途上、水分及び  $\text{CO}_2$  が除去されていることが、条件である。また、図 1 では、新たなガス導入管 8 をブロー 5 の 2 次側に接続したが、ブロー 5 の 1 次側（上流）にすることも可能で、その場合、製品ガスは昇圧が不要となり、一層経済的である。

【 0 0 1 4 】次に、かかる基本的な構造に、本発明では、再生の迅速化、安定化を目的として改良を加え、図 2 に示す装置を考えた。つまり、従来の吸着塔 3 の再生装置において、前記製品ガス 1 1 を別途供給するガス導入管 8 の他に、上記吸着塔 3 の使用を吸着あるいは再生に切り換える切換装置 9 と、空気分離装置の運転停止情報及び上記切換装置からの切り換え情報を受け、上記配管 7 及びガス導入管 8 に備えた流量調整弁 2 の開閉を指示する演算制御装置 1 0 とを設け、再生の自動化を図ったのである。

【 0 0 1 5 】かかる装置を使用すると、2 基の吸着塔 3 のうち、どちらか一方の塔 3 が完全に再生を完了しない時点で空気分離装置が停止されてあっても、再起動の際に、非常に円滑に吸着塔 3 の再生ができるようになる。この装置の運転方法、つまり本発明に係る再生方法の 1 つを、図 3 に流れ図で示す。図 3 には、再生ガスの加熱及び冷却判断まで組み込まれており、空気分離装置の停止時に吸着塔 3 の再生状態がいかなる状況にあっても、運転再開時には迅速且つ円滑に対応できることが明らか

である。なお、図 3 は、原料空気 1 の処理能力が 1 3 0、0 0 0 N m<sup>3</sup> / h r、吸着塔 3 の相互の切替時間が 2 時間半のプラントでの再生シーケンスである。これによれば、プラント停止から 4 時間以内であれば、再生の残りを行えば再生完了するので、再生処理を行う時間を短くすることができる。

【0016】なお、空気分離装置の停止後再開前の再生に際し、再生用ガスの加熱（つまり、脱着）から始めるか、冷却（脱着は終了）から初めるかの判断基準を、図 3 では、停止後 4 時間以内とした。その理由は、以下の通りである。再生を途中で停止すると、再生用ガスの供給が絶たれるので、熱や脱着した C O<sub>2</sub> は再生が完了した部分に拡散する。従って、停止後ある一定時間が経過すると、吸着剤の温度が再生に必要な温度以下に低下し、再開時には再生を始めからやり直す必要がある。発明者の研究によれば、この場合、4 時間であった。しかし、この時間は、空気分離装置の仕様や運転条件によって異なるので、その都度定めれば良い。また、本実施例では、再生用ガスとして純粋な製品窒素ガスを使用した

【0017】

【実施例】本発明に係る図 3 の方法と従来法とを用いた吸着塔の再生を行い、結果を図 4 にタイム・スケジュールで比較した。図 4 より、空気分離装置の再起動に要する時間が大幅に短縮され、本発明に係る吸着塔の再生方法及び装置の有効なことが確認できる。

【0018】

【発明の効果】以上述べたように、本発明により、空気分離装置が停止して再生用廃ガスがない時でも、吸着塔の再生が行えるようになった。また、再起動の時に完全に再生が完了した吸着塔を用意できるので、再起動時間を短縮できるようになった。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明に係る吸着塔の再生装置の基本構成を示す模式図である。

【図 2】図 1 の装置に、本発明に係る再生方法を実施するための制御手段を設けた図である。

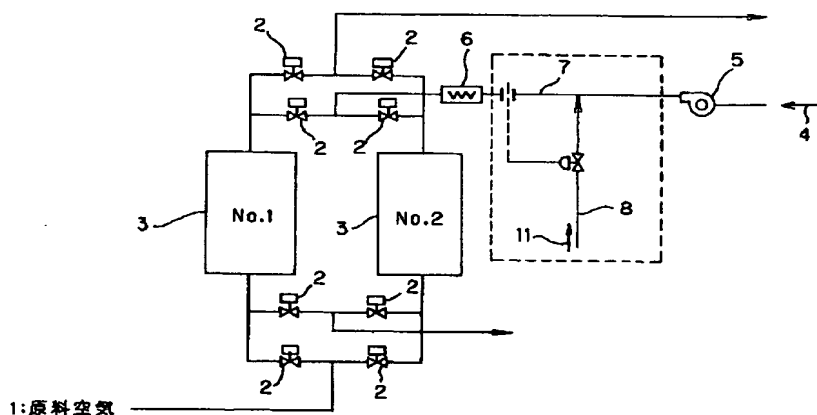
【図 3】本発明に係る再生方法を、空気分離装置の停止からの時間を用いてシーケンス表示した図である。

【図 4】本発明による再生と従来法による再生とを比較したタイム・スケジュールを示す図である。

【符号の説明】

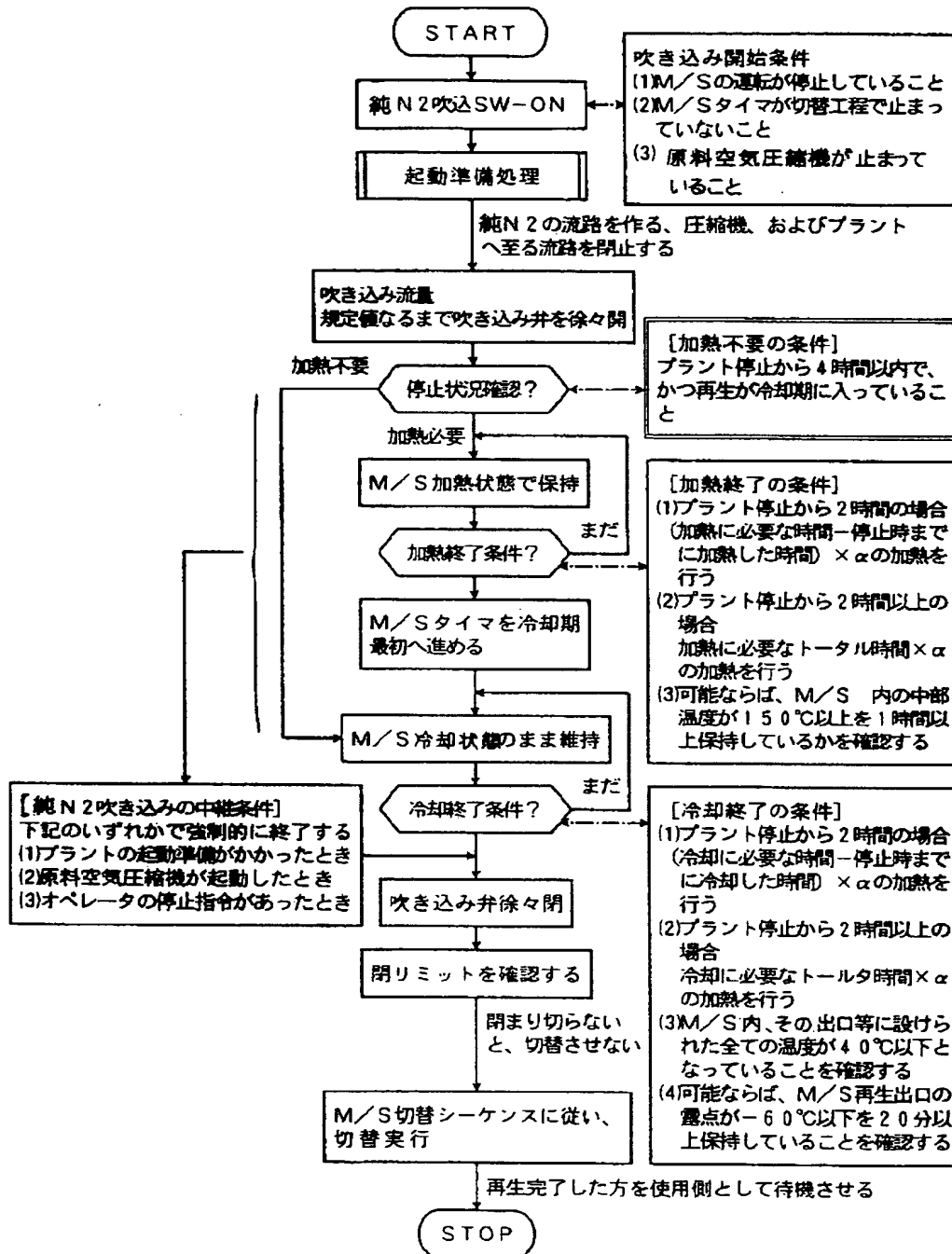
- |    |             |
|----|-------------|
| 1  | 原料空気        |
| 2  | 弁           |
| 3  | 吸着塔 (M/S 槽) |
| 4  | 廃ガス         |
| 5  | プロア         |
| 6  | 加熱器 (電熱ヒータ) |
| 7  | 配管          |
| 8  | ガス導入管       |
| 9  | 切換装置        |
| 10 | 演算制御装置      |
| 11 | 製品ガス        |

【図 1】





【図 3】





## 停止後の再生のタイムスケジュール

停止時の状況		停止後経過時間 (Hr)	備考
加熱中	停止後 4 時間以内に再生開始		吸着等の再生が完了した後の再起動時には、直ちに原料空気総量进行处理できる。
	停止後 4 時間を経て再生開始		
冷却中	停止後 4 時間以内に再生開始		
	停止後 4 時間を経て再生開始		
従 来		再生処理不可能	再起動時の再生処理は最初の 1 サイクルは処理能力の 1/5 に限られ、しかもこの時の製造ガスは再生用ガスとして使用される。